

# 한국등록특허공보 제0107241호(1996.08.09) 1부.

[첨부그림 1]

특 1996-0010807

## (19) 대한민국특허청(KR) (12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.

C10 1/66

C10 17/16

(21) 출원번호

특 1994-0009051

(22) 출원일자

1994년 04월 27일

(45) 공고일자

1996년 08월 09일

(11) 공고번호

특 1996-0010807

(65) 공개번호

특 1995-0029339

(43) 공개일자

1995년 11월 22일

업지화학 주식회사

소재지

서울특별시 영등포구 여의도동 20번지

(73) 특허권자

박상은

(72) 발명자

충청북도 청주시 병영2동 주공아파트 107-305

(74) 대리인

최규팔

심사관 박은수 (특허공보 제45022호)

(54) 고밀도 분말 비이온 세제 조성물 및 그 제조방법

요약

내용 없음.

발명자

[발명의 명칭]

고밀도 분말 비이온 세제 조성물 및 그 제조방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 고밀도 비이온 세제 조성물 및 그 제조방법에 관한 것이다. 더욱 상세하게는, 비이온 계면활성제를 주 세정성분으로 하여 유동 보조제, 결합 응고제 및 과립화제를 사용하여 고밀도화 시킴으로써, 통상의 분무건조에 의해 제조된 세제보다 밀도가 높고 유동성이 우수하며, 세척력이 우수한 분말 세제 조성물 및 그의 제조방법에 관한 것이다.

일반적으로 세탁용 분말 세제를 제조하는 방법은 여러가지가 알려져 있지만, 대량 생산이 용이하고 입자의 균일성이 양호한 합류식 분무 건조법을 이용한 방법이 널리 알려져 있다. 그러나, 이 방법에 의해 제조된 세제는 겔보가 밀도가 0.3 내지 0.45g/cm<sup>3</sup>내외로, 무게에 비해 부피가 큰 단점이 있어 제품 보관시 큰 공간의 할당이 필요하여, 운송 비용이 많이 들고, 한정된 진열대에 제품을 충분히 진열할 수 없다는 등의 문제점이 있으며, 합류식 건조장치의 가격이 고가이므로 시설비가 많이 투자되어야 하는 단점이 있다.

이러한 문제점을 해결하기 위하여, 합류식 분무공정을 거치지 않는 용정 및 분말 세제의 고밀도화에 대한 연구들이 진행되어 왔다. 합류식 분무공정을 거치지 않음과 동시에 분말 세제의 고밀도화를 이루려면, 수분이 함유되지 않은 계면활성제, 필러 및 기타 첨가제 등의 세정성분을 고속회전 조립기(Vertical Type High Speed Mixer 또는 Lodige Mixer)에 넣고 균일하게 혼합한 후, 액상 물질을 분사하여 입자 사이에 점착을 형성시킨 다음, 제올라이트 등의 다공성을 가진 수분흡성 무기물로 표면을 도포하여 입자간 점착력을 감소시켜 고밀도 분말 세제를 만드는 방법이 제안되었다.

그러나, 계면활성제, 필러 및 기타 첨가제 등의 혼합물을 입자화 시키기 위해서는 각 성분 입자를 용집체로 만들어 볼 수 있는 적합한 액상 결합제를 사용하여 용집체를 형성한 다음, 수분흡성의 유동 보조제를 표면에 도포하여 입자화를 이루어야 하는데, 액상 결합제의 결합력이 낮으면, 혼합된 입자간에 용집이 일어나지 않으므로, 일반적인 고밀도 세제의 평가기준인 겔보가 밀도가 0.69g/cm<sup>3</sup>이상의 세제를 제조하기 어려운 문제점이 있으며, 통상적으로 분말 세제에 사용되는 적색, 알칼리제, 슬러시제, α-올레핀 슬러시제, 알칼리슬러시제 등은 수분의 제거가 어려우며, 수분이 제거된 원료의 경우도 가격이 고가이므로 생산단가가 비싸진다는 단점이 있다.

이러한 문제점을 해결하기 위한 전향기술로는 일본 특허공개 제70-4371호, 동제 87-263299호 및 동제90-229894호 등이 있다. 일본 특허공개 제70-4371호는 분무 건조된 필더를 기본입자로 하여, 비이온 계면활성제를 흡수시켜 분말 세제를 입자화하는 방법이며, 일본 특허공개 제87-263299호는 제올라이트와 경질탄산나트륨과 비이온 계면활성제를 혼합하여 얻은 고형세제를 고속회전 조립기를 이용하여 파쇄시킴으로써, 분말상의 고밀도 세제를 얻는 방법이다. 또한 일본 특허공개 제90-229894호는 경질 탄산나트륨과 중질 탄산나트륨 비이온 세제를 흡수시킨 후 표면에 제올라이트를 도포하여 고밀도 분말 세제를 제조하는 기술이다. 그러나, 이러한 방법에 의해 제조된 세제들은 세정성분이 비이온 계면활성제의 함량을 높히기가 곤란하여, 비이온 계면활성제가 필러 입자내에 액체 상태로 흡수되어 있는 상태로 존재하기 때문에 장기간 보관시 비이온 계면활성제가 입자 외부로 흘러나와 세제의 유동성이 떨어져 덩어리로 굳어지는 현상이 발생하는 등의 단점이 있다.

이에 본 발명자들은 상기와 같은 종래의 문제점을 해결하기 위해 연구한 결과, 필더입자들이 결합하기에

알맞도록 적절한 액상결합제와 이 결합제에 결합 용고제 및 과립화제를 소량 용해시켜 발더 혼합물에 투입함으로써 발더가 발도가 0.69/cm 이상, 바람직하기로는 0.6 내지 1.29/cm 이상이며, 유동성, 내케미컬(Caking)성 및 산성성이 크게 향상된 고밀도 분말 비이온 세제를 제조할 수 있음을 발견하여 본 발명을 완성하게 되었다.

본 발명은 결합 용고제로서 폴리에틸렌글리콜 또는 폴리프로필렌글리콜과 과립화제로서 폴리비닐피롤리돈을 세정성분 및 액상결합제 성분인 비이온 계면활성제에 용해시켜 균일하게 혼합된 탄산나트륨과 황산나트륨 및 규산나트륨을 투입시켜 균일하게 혼합한 후, 유동 보조제로서 제올라이트를 투입하여 분쇄하고, 입자화하는 고밀도 분말 비이온 세제를 제조하는 방법을 제공한다.

이하 본 발명의 제조방법을 더욱 구체적으로 설명한다. 본 발명은 탄산나트륨 5 내지 50중량%, 황산나트륨 1 내지 15중량% 및 규산나트륨 1 내지 20중량%를 혼합한 다음, 비이온 계면활성제 10 내지 35중량%에 폴리에틸렌글리콜 또는 폴리프로필렌글리콜 0.5 내지 10중량%, 폴리비닐 피롤리돈 0.1 내지 5중량% 및 항광증백제 0.1 내지 2중량%를 투입하여, 60 내지 80℃로 가열 용해시킨 후 탄산나트륨과 황산나트륨의 혼합분말에 혼합시켜, 슬러리상으로 만들고, 이 슬러리상 혼합물에 분말 제올라이트 10 내지 60중량%를 투입하여 혼련시킨 다음, 항, 효소 및 소포제 중에서 선택된 첨가제 0.1 내지 10중량%를 혼합함으로써 고밀도 분말 비이온 세제를 제조하는 방법을 제공한다.

본 발명의 고밀도 분말 비이온 세제 제조에서 사용된 혼련기는 고속회전 조립기(Vertcal High Speed Mixer(일본 Fukae사) 또는 Lodige Mixer(독일 Lodige사)이지만, 다른 혼련기도 사용 가능하다.

본 발명에서 사용되는 비이온 계면활성제로는 탄소수 10 내지 20개의 알킬기에 1 내지 20몰의 에틸렌 옥사이드를 부가시킨 알킬에톡실레이트를 사용하는 것이 바람직하다. 비이온 계면활성제를 10중량% 미만으로 사용하는 경우 입자들간의 결합을 충분히 이루지 못하여 보진이 유발되고 유동성이 저하되며, 세정력이 저하되고, 35중량% 초과인 경우는 액상성분의 과다로 인해 입자 표면이 습윤되어 분체 유동성이 떨어지게 된다.

발더 성분으로 사용되는 탄산나트륨은 세제의 수소이온 농도를 증가시킴으로써 세척력을 증가시키며, 비이온 계면활성제를 흡수하여 입자화하는 효과를 나타낸다. 탄산나트륨을 5중량% 미만으로 사용하였을 때에는 세척력의 수소이온 농도가 낮아져 충분한 세정력을 나타내지 못하게 되며, 50중량% 초과 사용시는 입자의 형성이 어려워지는 단점이 있으므로 5 내지 50중량%의 사용이 바람직하다.

또다른 발더 성분으로서 사용되는 황산나트륨은 비이온 계면활성제의 흡수 작용과 세척액내의 이온 환경 작용을 하며, 1중량% 미만 사용시는 이온 환경효과 및 비이온 계면활성제 흡수효과가 미약하며, 15중량% 초과 사용시는 다른 성분의 함량이 상대적으로 감소하므로, 세척력 및 유동성 등이 저하되는 단점이 있으므로, 1 내지 15중량%의 사용이 적당하다.

또다른 발더 성분인 규산나트륨은 입자의 강도를 개량하며, 세척력의 수소 이온 농도를 높여주는 작용을 하며, 그 함량은 1 내지 20중량%가 적당하다. 1중량% 미만일 경우에는 그 효과가 미약하며, 20중량% 초과인 경우는 입자의 강도가 지나치게 높아져 보진이 발생하고 용해도가 저하되는 단점이 있다.

유동 보조제로 사용되는 분말 제올라이트는 10 내지 60중량%를 사용하는 것이 바람직하다. 분말 제올라이트의 사용량이 10중량% 미만일 경우는 비이온이 흡수된 입자의 표면에 도포된 절대량이 부족하여 유동성이 저하되고, 60중량% 초과인 경우는 입자의 크기가 작아져 유동성이 저하되며, 보진의 발생으로 작업성이 떨어지는 단점이 있다.

결합 용고제로서 사용되는 폴리에틸렌글리콜(분자량 1,000 내지 25,000) 또는 폴리프로필렌글리콜(분자량 1,000 내지 25,000)은 비이온 계면활성제에 용해된 상태로 입자에 흡수되어 입자의 결합력 및 강도를 증가시키는 역할을 하며, 사용량은 0.5 내지 10중량%가 바람직하다. 비이온 계면활성제에 용해된 폴리에틸렌글리콜 또는 폴리프로필렌글리콜이 0.5중량% 미만이면 입자의 형성이 어렵고, 10중량% 초과이면 생성된 입자의 경도가 높아져 용해도가 저하되어 세정력의 저하를 가져올 수 있다.

과립화제로서 사용되는 폴리비닐피롤리돈(분자량 10,000 내지 2,800,000)은 0.1 내지 5중량%를 사용하는 것이 바람직하다. 폴리비닐피롤리돈의 함량이 0.1중량% 미만이면 입자의 과립화가 어려우며, 5중량% 초과인 경우는 과립의 크기가 지나치게 증대되어 세제의 겉보기 비중이 낮아지며, 가격 상승이 초래된다.

본 발명에서 사용되는 첨가제는 항, 항광증백제(스틸벤제, 비페닐제, 파라핀제, 푸마린제, 퀴놀론제), 효소(프로테아제, 아밀라아제, 리파아제, 셀룰라아제), 기포조절제(지바인제, 실리코제, 파라핀 왁스제) 등을 사용할 수 있으며, 그 혼합량은 0.1 내지 10중량%를 사용함이 바람직하다. 0.1중량% 미만인 경우는 첨가제 각각의 성능 발휘가 어려우며, 10중량% 초과인 경우는 제조원가의 상승을 초래하여 비경제적이다.

이하 본 발명을 실시예의 의거하여 설명하지만, 본 발명이 이 실시예에 한정되는 것은 아니다.

실시예 1

다음 표 1에서와 같은 조성비로 탄산나트륨, 황산나트륨, 규산나트륨을 고속회전 조립기(Vertcal High Speed Mixer(일본 Fukae사) 또는 Lodige Mixer(독일 Lodige사))에 넣고 5분간 균일하게 혼합한 뒤, 항광증백제인 Tinopal-CBSX(스위스 Ciba-Geigy사)와 폴리에틸렌글리콜(분자량 : 4,000) 및 폴리비닐피롤리돈(분자량 : 55,000)을 가열 용해시킨 비이온 계면활성제 용액을 투입하고 5분간 균일하게 혼합하고 흡수시켰다. 이 혼합 슬러리에 유동 보조제를 투입하여 5분간 분쇄하여 입자화시킨 후 항, 효소, 소포제들을 투입, 1분간 혼합하여 고밀도 분말 비이온 세제를 제조하였다.

세정성분 및 액상결합제 성분인 비이온 계면활성제의 함량을 10 내지 35중량%로 변화시켜 고밀도 분말 비이온 세제 A~F를 제조하였다.

[표 1]

표 1.

(단위: 중량%)

세제 조성분	비율에 1	A	B	C	D	E	F
LAS 1)	28						
AOS 2)	15						
세정산 나트륨	5						
비이온 계면활성제 3)		10	15	20	25	30	35
폴리비닐 피롤리돈 4)		1	1	1	1	1	1
폴리에틸렌 글리콜 5)		5	5	5	5	5	5
폴리프로판올 글리콜 6)							
염산나트륨	20	30	30	30	25	25	25
구산나트륨	15	5	5	5	5	5	5
황산나트륨	0.3	12.3	7.3	2.3	1.3	2.3	2.3
세정화이트	15	35	35	35	35	30	25
헥사메트 7)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
요소 8)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
소포제 9)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
합	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2

※ 1) 도데실 벤젠 술포산 나트륨(C12)

2) 알파-올레핀 술포산 나트륨(C12 : C14=7 : 3)

3) 알킬에톡실레이트(C12, 에틸렌옥사이드 부가 몰수 7, AE-7(한국 폴리올사))

4) 중량 평균 분자량 55,000

5) 중량 평균 분자량 4,000

6) 중량 평균 분자량 4,000

7) Tinopal-CBSX(스위스 Ciba-Geigy사)

8) Savinase 6.0T(덴마크 NOVOL사)

9) LOC1215(터키 CC, 살리본사)

실시예 2

탄산나트륨의 함량을 5 내지 50중량%로 변화시켜 아래 표 2와 같은 조성과 실시예 1과 같은 방법으로 고 알도 보말 비이온 세제 6-L을 제조하였다.

[표 2]

표 2. (단위: 중량%)

구성 조성분	G	H	I	J	K	L
LAS 1)						
AOS 2)						
지황산 나트륨						
비하른 계면활성제 3)	20	20	30	20	15	15
분말비닐 클로라이드 4)	1	1	1	1	1	1
폴리메틸렌 글리콜 5)	5	5	5	5	5	5
폴리프로필렌 글리콜 6)						
탄산나트륨	5	15	25	25	45	50
규산나트륨	5	5	5	5	5	5
황산나트륨	7.3	7.3	7.3	2.3	2.3	2.3
비올라민 7)	55	45	55	30	25	20
정장염 8)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
보스 9)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
소포산 9)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
합	92	93	92	92	93	92

- ※ 1) 도데실 벤젠 술포산 나트륨(C12)  
 2) 알파 올레핀 술포산 나트륨(C12 : C14=7 : 3)  
 3) 알킬에톡실레이트(C12, 에틸렌옥사이드 부가 몰수 7, AE-7(한국 폴리올사))  
 4) 중량 평균 분자량 55,000  
 5) 중량 평균 분자량 4,000  
 6) 중량 평균 분자량 4,000  
 7) Tinopal-CBSX(스위스 Ciba-Geigy사)  
 8) Savinase 6.0T(덴마크 NOVOL사)  
 9) LDC1215(텍사스 CC 살리폰사)

실험예 3

규산나트륨의 함량을 5 내지 20중량%로 변화시켜 아래 표 3과 같은 조성과 실험예 1과 같은 방법으로 고밀도 분말 비이온 세제 H~O를 제조하고, 황산나트륨의 함량을 5 내지 15중량%로 변화시켜 실험예 1과 같은 방법으로 고밀도 분말 비이온 세제 P~R을 제조하였다.

[표 5]

성분 조성을	(단위: 중량%)					
	M	N	O	P	Q	R
LAS-D						
AOS-2)						
기타산 나트륨						
비이온 계면활성제 1)	80	80	80	80	80	80
폴리비닐 피롤리돈 4)	1	1	1	1	1	1
폴리머릴렌 글리콜 5)	1	1	1	1	1	1
폴리프로필렌 글리콜 6)						
탄산나트륨	20	25	20	17.3	22.3	22.3
무수나트륨	5	10	20	5	5	5
탄산나트륨	2.3	2.3	2.3	5	10	15
제올라이트	25	25	20	25	25	30
백상염료	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
프록스	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
소포제	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
합	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2

- ※ 1) 도다실 벤젠 술포산 나트륨(C12)  
 2) 알파-올레핀 술포산 나트륨(C12 : C14-7 : 3)  
 3) 알킬에톡실레이트(C12, 에틸렌옥사이드 부가 몰수 7, AE-7(한국 폴리올사))  
 4) 중량: 평균 분자량 55,000  
 5) 중량: 평균 분자량 4,000  
 6) 중량: 평균 분자량 4,000  
 7) Tinopal-CBSX(스위스: Ciba-Geigy사)  
 8) Savinase 6.0T(덴마크: NOVO사)  
 9) LDC1215(헝가리: CC 살리본사)  
 실시예 4  
 유동 보조제인 제올라이트의 함량을 10 내지 60중량%로 변환시켜 아래 표 4와 같은 조성과 실시예 1과 같은 방법으로 고밀도 분말 비이온 세제 S-X를 제조하였다.

[표 4]

도 4		(단위: 중량%)					
세제 조성물	S	T	U	V	W	X	
LA5-1)							
AOS-2)							
계량산 나트륨							
비이온 계량산성제 3)	20	20	20	20	20	20	
올리비닐 에틸렌 4)	1	1	1	1	1	1	
폴리에틸렌 글리콜 5)	5	5	5	5	5	5	
폴리프로필렌 글리콜 6)							
탄산나트륨	50	40	30	20	10	5	
규산나트륨	5	5	5	5	5	2.3	
황산나트륨	7.3	7.3	7.3	7.3	7.3	5	
세올라이트	10	20	30	40	50	60	
활성탄	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	
표소	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	
소포제	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	
합	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	

※ 1) 도데실 벤젠 술포산 나트륨(C12)

2) 알파 올레핀 술포산 나트륨(C12 : C14=7 : 3)

3) 알킬에톡실레이트(C12, 에틸렌옥사이드 부가 몰수 7, AE-7(한국 폴리올사))

4) 중량: 평균 분자량 55,000

5) 중량: 평균 분자량 4,000

6) 중량: 평균 분자량 4,000

7) Tinopal-CBSX(스위스 Ciba-Geigy사)

8) Savinase 6.07(덴마크 NOVO사)

9) LDC1215(터키 DC 살리콘사)

실시예 5

종합 응고제인 폴리메틸렌글리콜을 0.5 내지 10중량%로 변환시켜 아래 표 5와 같은 조성과 실시예 1과 같은 방법으로 고밀도 분말 비이온 세제 Y~AA를 제조하고, 폴리프로필렌글리콜 0.5 내지 10중량%로 변환시켜 아래 표 5와 같은 조성과 실시예 1과 같은 방법으로 고밀도 분말 비이온 세제 AB~AD를 제조하였다.

[표 5]

표 5: (단위: 중량%)

세제 조성물	Y	Z	AA	AB	AC	AD
LAS 1)						
AOS 2)						
지방산 나트륨						
비이온 계면활성제 3)	20	20	20	20	20	20
폴리비닐 피롤리돈 4)	1	1	1	1	1	1
폴리에틸렌 글리콜 5)	0.5	5	10			
문리프로그릴렌 글리콜 6)				0.5	5	10
탄산나트륨	30	30	30	30	30	30
황산나트륨	5	5	5	5	5	5
황산나트륨	9.8	5.3	0.3	9.8	5.3	0.3
세올라이트	32	32	32	32	32	32
헥사염소	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
포스	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
소르비	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
합	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2

※ 1) 도데실 벤젠 술포산 나트륨(C12)

2) 알파-올레핀 술포산 나트륨(C12 : C14-7 : 3)

3) 일립에톡실레이트(C12, 에틸렌옥사이드 부가 몰수 7, AE-7(한국 폴리올사))

4) 중량: 평균 분자량 55,000

5) 중량: 평균 분자량 4,000

6) 중량: 평균 분자량 4,000

7) Tinopal-CBSX(스위스 Ciba-Geigy사)

8) Savinase 6,0T(덴마크 NOVO사)

9) LDC1215(텍키 CC 실리온사)

실시예 6

과립화제인 폴리비닐피롤리돈을 0.5 내지 10중량%로 변환시켜 아래 표 6과 같은 조성과 실시예 1과 같은 방법으로 고밀도 분말 비이온 세제 AE~AJ를 제조하였다.

[표 8]

표 8.	(단위 : 중량%)					
세제 조성물	AB	AF	AG	AH	AI	AJ
LAS 1)						
AOS 2)						
지방산 나트륨						
비이온 계면활성제 3)	20	20	20	20	20	20
폴리비닐 피롤리돈 4)	0.5	2	4	5	8	10
글루타미산염 알카리 5)	5	5	5	5	5	5
폴리프로필렌 글리콜 6)						
단일나트륨	30	30	30	30	30	30
중성나트륨	5	5	5	5	5	5
황산나트륨	7.5	8.3	4.3	2.3	1	1
세올라이트	30	30	30	30	29.3	27.3
헥산염도	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
소르	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
소르세	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
합	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2

※ 1) 도데실 벤젠 술포산 나트륨(C12)

2) 알파-올레핀 술포산 나트륨(C12 : C14-7 : 3)

3) 알릴에톡시레이트(C12, 에틸렌옥사이드 부가 분수 7, AE-7(한국 폴리글사))

4) 중량 평균 분자량 55,000

5) 중량 평균 분자량 4,000

6) 중량 평균 분자량 4,000

7) Tinopal-CBSX(스위스 Ciba-Geigy사)

8) Savinase 6.0T(덴마크 NOVO사)

9) LDC1215(텍사스 실리코사)

실시예 7

실시예 1 내지 6에서 제조된 시료를 아래와 같이 평가(측정)하여 표 7에 나타내었다.

1) 세척력

상기의 실시예 1 내지 6에서 제조된 고밀도 분말 비이온 세제를 다음과 같은 조건으로 세척력 시험을 실시하였으며, 측정 결과를 표 7에 나타내었다.

측정기기 : Terg-O-Meter

세정온도 : 20°C

세척수 : 경도 40ppm Ca, 10ppm Mg

속비 : 4.5s 오염포/1회 세정수

세제농도 : 0.67g/l

오염포 : EMPA Art No. 101(올리브 오일, 카본블랙/면)

2) 유동성

상기의 실시예 1 내지 6에서 제조된 고밀도 분말 비이온 세제 100cc가 직경 10mm의 깔대기를 통과하는데 걸리는 시간을 측정하여 유동성 평가를 행하였으며, 그 결과를 표 7에 나타내었다.

3) 겉보기 밀도

상기의 실시예 1 내지 6에 의해 제조된 고밀도 분말 비이온 세제의 겉보기 밀도를 측정하여 표 7에 나타



내었다.

4) 케이킹(Caking)성

상기의 실시예 1 내지 6에 의해 제조된 고밀도 분말 비이온 세제 조성물의 시료 500g을 1ℓ 비이커에 담아 1kg의 하중을 가하여 온도 30℃, 상대습도 80%에서 10일간 보존한 후 시료를 취하여 지름 5mm 이상의 고형물의 총량비를 구해 케이킹(Caking)성 평가를 실시하여 그 결과를 표 7에 나타내었다.

5) 수율

상기에 실시예 1 내지 6에 의해 제조된 고밀도 분말 비이온 세제의 수율을 표 7에 나타내었다.

아래 표 7에 나타난 바와 같이, 본 발명의 고밀도 분말 비이온 세제는 겔보기 밀도가 높고 유동성, 내 케이킹(Caking)성 및 수율이 양호하고, 세척력이 우수함을 알 수 있다.

[표 7]

표 7:

		겔보기 (%)	겔보기밀도 (g/cm <sup>3</sup> )	유동성 (sec)	Caking (%)	수율 (%)
	예외 1	200	0.85	23	23	87
실시예 1	A	188	0.82	13	3	98
	B	118	0.71	15	4	98
	C	128	0.75	18	4	97
	D	127	0.83	19	5	96
	E	122	0.87	20	10	95
	F	135	0.91	24	14	93
실시예 2	G	110	0.69	22	6	96
	H	119	0.80	26	4	96
	I	129	0.77	27	4	97
	J	132	0.72	28	5	98
	K	125	0.75	28	5	96
	L	140	0.79	21	6	97
실시예 3	M	128	0.79	28	5	96
	N	128	0.81	24	5	94
	O	129	0.83	20	5	92
	P	124	0.78	24	7	97
	Q	121	0.73	23	7	96
	R	129	0.80	24	7	98
실시예 4	S	125	0.83	29	11	98
	T	124	0.78	28	9	98
	U	126	0.78	24	5	97
	V	129	0.76	22	5	95
	W	123	0.74	23	6	94
	X	127	0.75	22	4	94
실시예 5	Y	124	0.63	25	3	98
	Z	125	0.77	26	3	96
	AA	123	0.91	23	3	96
	AB	123	0.83	26	6	95
	AC	124	0.74	29	4	97
	AD	122	0.89	28	2	97
실시예 6	AE	125	0.82	23	3	98
	AF	123	0.73	22	2	98
	AG	122	0.79	23	3	95
	AH	126	0.81	25	4	98
	AI	128	0.81	28	8	95
	AJ	123	0.85	24	12	93

**(57) 청구의 범위****청구항 1**

비이온 계면활성제 10 내지 35중량%, 탄산나트륨 5 내지 50중량%, 황산나트륨 1 내지 15중량%, 규산나트륨 1 내지 20중량%를 포함하는 분말 세제와 분말 제올라이트 10 내지 60중량%, 폴리메틸렌글리콜 또는 폴리프로필렌글리콜 0.5 내지 10중량%, 폴리비닐피롤리돈 0.1 내지 5중량%, 첨가제 0.1 내지 10중량%를 함유함을 특징으로 하는 고밀도 분말 비이온 세제 조성물.

**청구항 2**

제 1항에 있어서, 비이온 계면활성제가 하기 일반식의 알킬에톡실레이트임을 특징으로 하는 고밀도 분말 비이온 세제 조성물.



상기식에서, R은 10 내지 20개의 탄소원자를 갖는 알킬이고, n은 1 내지 20의 정수이다.

**청구항 3**

제 1항에 있어서, 폴리메틸렌글리콜의 분자량이 1,000 내지 25,000이고, 폴리프로필렌글리콜의 분자량이 1,000 내지 25,000임을 특징으로 하는 세제 조성물.

**청구항 4**

제 1항에 있어서, 폴리비닐피롤리돈의 분자량이 10,000 내지 2,800,000임을 특징으로 하는 세제 조성물.

**청구항 5**

제 1항에 있어서, 첨가제가 향, 소포제, 효소 및 형광증백제 중에서 선택된 것임을 특징으로 하는 세제 조성물.

**청구항 6**

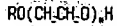
제 1항에 있어서, 밀도가 0.6g/cm<sup>3</sup> 이상임을 특징으로 하는 세제 조성물.

**청구항 7**

탄산나트륨 5 내지 50중량%, 황산나트륨 1 내지 15중량% 및 규산나트륨 1 내지 20중량%를 혼련한 다음, 비이온 계면활성제 10 내지 35중량%에 폴리메틸렌글리콜 또는 폴리프로필렌글리콜 0.5 내지 10중량%, 폴리비닐피롤리돈 0.1 내지 5중량% 및 형광증백제 0.1 내지 2중량%를 투입하여, 60 내지 80℃로 가열 용해시킨 후, 탄산나트륨과 황산나트륨의 혼합 분말에 혼합시켜 슬러리상으로 만들고, 이 슬러리상 혼합물에 분말 제올라이트 10 내지 60중량%를 투입하여 혼련시킨 다음, 향, 효소, 소포제 중에서 선택된 첨가제 0.1 내지 10중량%를 혼합함을 특징으로 하는 고밀도 분말 비이온 세제의 제조방법.

**청구항 8**

제 7항에 있어서, 비이온 계면활성제가 하기 일반식의 알킬에톡실레이트임을 특징으로 하는 제조방법.



상기식에서, R은 10 내지 20개의 탄소원자를 갖는 알킬이고, n은 1 내지 20의 정수이다.

**청구항 9**

제 7항에 있어서, 폴리메틸렌글리콜의 분자량이 1,000 내지 25,000이고, 폴리프로필렌글리콜의 분자량이 1,000 내지 25,000임을 특징으로 하는 제조방법.

**청구항 10**

제 7항에 있어서, 폴리비닐피롤리돈의 분자량이 10,000 내지 2,800,000임을 특징으로 하는 제조방법.

**청구항 11**

제 7항에 있어서, 제조된 세제의 겉보기 밀도가 0.6g/cm<sup>3</sup> 이상임을 특징으로 하는 제조방법.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**